

Chemische Methoden zur Beurteilung von Steinkohlenb...

Raphaël Rougeot

Chemische Methoden

zur

Beurteilung von Steinkohlenbriketts.

— * —

INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der philosophischen Doktorwürde

vorgelegt der

HOHEN PHILOSOPHISCHEN FAKULTÄT

(Mathematisch-naturwissenschaftliche Sektion)

der

Universität Zürich

Von

Raphaël Rougeot

aus Porrentruy (Bern)

Begutachtet von den Herrn

Prof. Dr. *H. Abeljanz*

Prof. Dr. *E. J. Constan*



1905

Aktien-Buchdruckerei Zürich, Clausiusstr. 37

A ma chère mère.

Vorliegende Arbeit wurde im chemischen Laboratorium des eidgenössischen Polytechnikums in Zürich ausgeführt.

Meinem hochverehrten Lehrer,

Herrn Prof. **Dr. E. J. CONSTAM,**

auf dessen Veranlassung und unter dessen Leitung diese Arbeit unternommen wurde, bin ich für das stets entgegengebrachte Interesse und die wertvolle Unterstützung zu tiefem Dank verpflichtet.



Einleitung.

Steinkohlenbriketts ¹⁾ ²⁾ ³⁾ wurden ursprünglich hergestellt um für ein sonst nicht verwertbares Material, die Magerfeinkohle, eine Nutzbringende Verwendung zu finden.

Sie werden im allgemeinen so dargestellt, dass die im täglichen Bergwerksbetrieb abfallenden Mengen Magerfeinkohlen, die sich aus Mangel an flüchtigen Bestandteilen nicht zu Koksgewinnung eignen, mit feingemaltem Pech als Bindemittel gemengt, erwärmt und alsdann in Brikettpressen geformt werden. Als Bindemittel zur Brikett Herstellung kommt zur Zeit fast ausschliesslich Steinkohlen-terpech in Betracht.

Da die Kohlen, aus welchen die Briketts hergestellt werden, als Magerkohlen einen relativ hohen Heizwert besitzen, da ferner das als Bindemittel zugesetzte Pech, wie ich unten zeigen werde, einen noch höhern Heizwert aufweist, als die Feinkohle und letzterer die wertvolle Eigenschaft des „Backens“ verleiht, so ist es begreiflich, dass die Steinkohlenbriketts ein wichtiges Heizmaterial geworden sind, nicht nur für häusliche, sondern hauptsächlich für industrielle, insbesondere Lokomotivfeuerungen.

¹⁾ E. Preissig. Die Presskohlen-Industrie Freiberg 1887.

²⁾ Gurtt. Die Bereitung der Steinkohlenbriketts Braunschweig 1880.

³⁾ Bunte. Brikettierung der Steinkohlen. Art in Muspratt techn. Chemie IV Aufl. Bd. IV S. 568 ff.

Von guten Briketts verlangt man, dass sie ausser einem hohen Heizwerte und geringem Aschengehalte, eine dauerhafte Festigkeit besitzen, so dass sie beim Transport und Verwenden nicht abbröckeln. Sie sollen sich leicht entzünden lassen, ohne stark zu russen, und dürfen im Feuer nicht zerfallen, sondern müssen „koken“. Damit ein Brikett diese Eigenschaften besitze, darf es nicht aus zu magerer (anthrazitischer) Kohle hergestellt sein und muss ein bestimmtes Quantum Bindemittel (Pech) enthalten, das ihm die bleibende Festigkeit und die Eigenschaft des „Kokens“ verleiht.

Um entscheiden zu können, ob eine Brikettprobe diese Eigenschaften besitzt, muss man die Qualität der Feinkohle und die Qualität des darin enthaltenen Bindemittels bestimmen können.

Auf Veranlassung des Herrn Professor Dr. Constan, habe ich unternommen, diesbezüglich eine Methode zur Beurteilung von Steinkohlenbriketts auszuarbeiten.

Die verschiedenen Steinkohlengattungen (Mager-, Fett-, Flamm-, Gaskohlen) unterscheiden sich durch ihren verschiedenen Gehalt an flüchtigen Bestandteilen, sowie durch die Beschaffenheit ihres Koksrückstandes. Bei den Steinkohlen**briketts**, stammen die flüchtigen Bestandteile sowohl aus der Feinkohle, wie aus dem zugesetzten Pech. Um also erkennen zu können, aus was für einer Kohlengattung ein Brikett hergestellt worden ist, muss man wissen, wie viel von den flüchtigen Bestandteilen des Briketts aus der Kohle stammen und wieviel aus dem Pechzusatz. Daraus ergaben sich für mich folgende Aufgaben:

I. Eine vergleichende Prüfung der verschiedenen Methoden zu Ermittlung des Verkokungsrückstandes von Kohlen;

II. musste ich eine grosse Anzahl von Pechen verschiedener Herkunft untersuchen;

III. musste ich eine Methode ausarbeiten, um den

Gehalt an Bindemitteln in Steinkohlenbriketts quantitativ zu bestimmen; und

IV. suchte ich im Anschluss hieran festzustellen, wie sich bei Steinkohlenbriketts die Wärmeentwicklung verteilt auf die beiden Bestandteile: Feinkohle und Pech. Zu diesem Zwecke habe ich 6 Steinkohlenbriketts verschiedener Herkunft nebst den zu ihrer Herstellung verwendeten Feinkohlen und Pechen eingehend chemisch und kalorimetrisch untersucht, wie ich im dritten Teil meiner Arbeit beschreiben werde.

Ich beginne mit der Bestimmung der flüchtigen Bestandteile in Steinkohlen und Steinkohlenbriketts.



I. Teil.

Ueber die Bestimmung der Koksausbeute bei Steinkohlen und Steinkohlenbriketts.

Wie erwähnt, ist die Ermittlung der Koksausbeute von festen Brennstoffen wichtig für die Beurteilung ihrer Natur. Wenn man ausser der Menge des bei der Verkokung entstehenden Rückstandes auch noch das Aussehen und die Beschaffenheit desselben ¹⁾ ²⁾ in Betracht zieht, kann man bei Kohlen, deren Herkunft bekannt ist, ein ziemlich sicheres Urteil über die Gattung gewinnen, der die betreffende Probe angehört, ob Gas-, Flamm-, Fett-, oder Magerkohle, sowie über deren technische Verwendbarkeit. ³⁾

Ebenso ist schon lange bekannt dass übereinstimmende und vergleichbare Resultate nur erzielt werden können, wenn man die Verkokung unter ganz bestimmten Versuchsbedingungen ausführt. ⁴⁾ Allein die Methoden zur Bestimmung des Verkokungsrückstandes ⁵⁾ sind heutzutage an verschiedenen Orten noch so verschieden, dass

¹⁾ Schöndorf. Preuss. Zeitschrift, 23, 135 ff.

²⁾ Muck. Chem. Aphorismen, S. 17.

³⁾ Muck. Entwicklung der Steinkohlenchemie, S. 13. Vergl. auch Bender. Zeitschrift für angew. Chemie 1908, 1227 ff.

⁴⁾ Muck. Chem. Beitr.: S. 14; Chemie der Steinkohle S. 9.

⁵⁾ Fischer. Chem. Technologie der Brennstoffe I. 110 ff.

es untunlich ist, die in der Literatur enthaltenen Angaben über die Koksausbeute deutscher, französischer, belgischer, englischer und amerikanischer Kohlen miteinander zu vergleichen.

Meine Aufgabe war deshalb zunächst, bei einer sehr grossen Anzahl von Steinkohlen- und Brikettproben die Koksausbeute — und somit auch die Gasgiebigkeit — nach denjenigen Methoden zu ermitteln, welche in Deutschland, Frankreich und Belgien in Gebrauch stehen, und die nach diesen verschiedenen Methoden erhaltenen Resultate übersichtlich zusammenzustellen. Da ferner in den Vereinigten Staaten von Amerika seit dem Jahre 1889 eine dort angenommene Methode zur Bestimmung der Koksausbeute ¹⁾ angewandt wird, habe ich es für zweckmässig erachtet, auch diese Methode zur Vergleichung heranzuziehen.

Ich gebe zunächst eine genaue Beschreibung der von mir benützten Verfahren, alsdann eine Zusammenstellung der Koksausbeuten, die mit denselben Proben nach verschiedenen Methoden erhalten worden sind, wobei ich mich beschränke auf die Wiedergabe eines kurzen Auszugs aus den Resultaten, die ich bei der vergleichenden Prüfung von Hunderten von Kohlen- und Brikettproben erhalten habe.

Die in Deutschland, ²⁾ Oesterreich ³⁾ und der Schweiz verbreiteste Methode zur Bestimmung des Verkokungsrückstandes von Brennstoffen ist wohl die Muck'sche ⁴⁾ ⁵⁾ ⁶⁾. In seinem vortrefflichen Buche ⁷⁾ beschreibt Muck selbst

¹⁾ Report of the Comité on Coal Analysis, J. Am. Chem. Soc. 21, 1122.

²⁾ Langbein. Zeitschrift f. angew. Chemie 1906, Heft 49.

³⁾ v. Jüptner. Bestimmung des Heizwertes von Brennstoffen, Sammlung chem.-tech. Vorträge, 2, 224.

⁴⁾ Fischer. Chem. Technol. der Brennstoffe I 110 ff.

⁵⁾ Lunge. Taschenb. für Sodafabrikation, 3. Aufl. 125.

⁶⁾ Lunge-Böckmann. Chem.-techn. Untersuchungsmethoden, 1, 224.

⁷⁾ Muck. Chemie der Steinkohle S. 10.

die Methode wie folgt: „Man erhitzt 1 gr der feingepulverten Kohle in einem nicht zu kleinen, mindestens 5 cm hohen, vorher gewogenen Platintiegel bei fest aufgelegtem Deckel über der nicht unter 18 cm hohen Flamme eines einfachen Bunsen'schen Brenners so lange, bis keine bemerkbaren Mengen brennbarer Gase zwischen Tiegelrand und Deckel mehr entweichen, lässt erkalten und wägt. Der ganze Versuch ist in wenigen Minuten beendet, dabei Folgendes wohl zu beachten:

1. Die angegebene Flammenhöhe (18 cm) darf wohl überschritten, aber nicht geringer gewählt werden.

2. Der Platintiegel muss von guter Oberflächenbeschaffenheit sein und während der Erhitzung von einem Dreieck aus dünnem Draht getragen werden.

3. Der Boden des Tiegels darf höchstens 5 cm von der Brennermündung der Lampe entfernt stehen.

Nach meinen Erfahrungen genügt diese Vorschrift, die in den erwähnten weit verbreiteten und allbekannten Werken von Lunge wörtlich wieder gegeben ist, *nicht*, um bei allen Kohlen vergleichbare Koksahlen zu bekommen. Es darf auch *der Durchmesser des Tiegelbodens nicht weniger als 24 mm betragen*.

Zum Beweis hierfür führe ich eine Anzahl von Verkokungsversuchen ¹⁾ an, die ich in zwei Tiegeln von 22 mm Bodendurchmesser und 55 mm Höhe, sowie in zwei andern von 24 mm Durchmesser und 40 mm Höhe ausgeführt habe, und zwar mit Proben von Kohlen, die im Gaswerk der Stadt Zürich zur Gasbereitung oder Aufbesserung verwendet werden. Bei allen meinen Versuchen bediene ich mich eines Dreiecks aus dünnem Platindraht, benutze einen Bunsenbrenner, der — je nach dem Gasdruck — eine Flamme von 18–20 cm Höhe erzeugt, wobei sich die Böden meiner Platintiegel während des Er-

¹⁾ Vergl. Nebenstehende Tabelle I.

Tabelle I.

Nr.	Kohlenprobe	Koksausbeute					
		In den Tiegeln 22 – 25 mm			In den Tiegeln 24 – 40 mm		
		Vers. I	Vers. II	Mittel	Vers. I	Vers. II	Mittel
1	Bogheadkohle von Zeche „Math. Stinnes“ . . .	68.28	68.50	68.39	66.74	66.95	66.84
2	Ruhreannelkl. „Professor“ . . .	64.05	64.27	64.16	61.16	61.01	61.08
3	Tyne Bogeadkohle . . .	55.51	55.50	55.50	55.80	55.93	55.86
4	Mersey Cannelkohle . . .	55.02	55.22	55.12	52.52	52.71	52.62
5	Nortfield Gascoal . . .	66.08	66.36	66.22	64.50	64.25	64.37
6	Ruhrk. a. Zeche „M ^o -Cenis“	69.25	69.51	69.38	66.34	66.20	66.27
7	Saarkohle Camphausen . . .	66.99	67.03	67.01	64.41	64.36	64.38
8	„Dudweiler“ . . .	68.50	68.27	68.38	66.85	67.03	66.94
9	„Heinitz“ . . .	68.22	68.46	68.34	65.03	65.20	65.11
10	„Dechen“ . . .	65.98	66.04	66.01	63.80	63.60	63.70
11	„Frankenholz“ . . .	68.24	67.94	68.09	64.99	64.75	64.87
12	„Heinitz“ . . .	68.15	68.31	68.23	65.77	65.80	65.78

hitzens (nach Muck) genau $2\frac{1}{2}$ cm über der Brennermündung befinden.

Es wurden also im Durchschnitt in den kleineren Tiegeln 2–5% mehr Koks gefunden als in den Tiegeln mit grösserem Boden. Da in jenen die Koksausbeute auch höher ausfällt als im Betriebe, ist es ratsam, bei dieser Methode Tiegel von den zuletzt angegebenen Dimensionen zu verwenden.

Ausser der Muck'schen „Normalprobe“ ist besonders im rheinisch-westfälischen Kohlenbezirk die sogen. „Blähprobe“ ¹⁾ im Gebrauch zur Bestimmung von Koksausbeuten. Diese Methode, welche eine Modifikation der Normalprobe darstellt „wobei man den Abstand zwischen

¹⁾ Muck. Chemie der Steinkohle S. 32.

Brennermündung und Tiegelboden von 3 cm auf 6—9 cm erhöht, im übrigen aber wie bei normaler Verkokung verfährt, lässt die Blähungsunterschiede zwischen den verschiedenen Kohलगattungen sehr scharf hervortreten“. Die Tiegel (mittelgross, von ca. 22/35 mm aufwärts) mit den Proben werden mit übergreifenden Deckeln versehen, die in ihrer Mitte eine Oeffnung von ca. 2 mm Durchmesser besitzen. Das Erhitzen der bedeckten Tiegel nebst Inhalt erfolgt so, dass der Tiegelboden bei einer totalen Flammhöhe von 18 cm sich ungefähr 6 cm. über der Brenneröhre, der Tiegel selbst also in der oberen Oxydationszone der Flamme sich befindet. Man hört mit dem Erhitzen der Probe auf, wenn sich über der Oeffnung des Tiegeldeckels kein Flämmchen mehr zeigt.

Ein grosser Vorzug dieser Methode die ich, nach dem Vorschlage des Herrn Professor Constam, in der Folge die „*Bochumer*“ nennen will, scheint mir der zu sein, dass sie sehr gut übereinstimmende Resultate gibt (vergl. Tabelle II) und dabei weniger subtil ist, als die Muck'sche. Ob man den Tiegel während des Erhitzens um 1 cm höher oder tiefer setzt, ob man ihn etwas grösser oder kleiner wählt, ob man endlich das Erhitzen der Probe, nachdem das Flämmchen in der Deckelöffnung erloschen ist, noch $\frac{1}{2}$ bis 1 Minute fortsetzt, beeinflusst die Koks- ausbeute nur in sehr geringem Masse.

Die Koks- ausbeuten, die nach der Bochumer Methode erhalten werden, sind durchgehends ca. 1—3 % niedriger als die nach Muck bestimmten. Um festzustellen, nach welchen von diesen beiden Methoden die grössere Annäherung erreicht werde an die im Betrieb der Gasanstalten sich ergebenden Koks- ausbeuten, habe ich mir von der Direktion des Gaswerks Zürich, eine Anzahl von Kohlenproben erbeten, die daselbst in einer kleinen Versuchsanstalt (Eigentum des schweizerischen Vereins von

Tabelle II.

№	Kohlenprobe	Koksausbeute				
		nach Muck	Bochmer Methode			In der Versuche Gesamt.
			Vers. I	Vers. II	Mittel	
1	Bogeadkohle v. Zeche „M. Stinnes“	66.84	63.48	63.51	63.50	65.0
2	Ruhrcannelkohle	61.08	59.98	59.72	59.85	59.5
3	Tyne Bogheadkohle	55.86	52.10	52.31	52.20	55.5
4	Mersey Cannelkohle	52.62	50.76	50.54	50.65	52.0
5	Norfield Gascoal	64.37	61.10	61.28	61.19	62.5
6	Ruhrkohle a. Zeche „Mont Cenis“	66.27	63.89	63.62	63.75	64.0
7	Saarkohle Camphausen	64.38	61.59	61.37	61.46	63.0
8	„ Dudweiler	66.94	63.18	62.92	63.05	66.0
9	„ Heinitz	65.11	63.17	63.08	63.13	64.5
10	„ Dechen	63.70	60.90	61.13	61.01	63.5
11	„ Frankenholz	64.87	62.07	61.88	61.98	61.5
12	„ Heinitz	65.78	62.63	62.50	62.56	63.0
13	Pfälz. Kohle „St. Ingbert“	66.16	64.66	64.45	64.55	65.0
14	„ „ „Konsolid Nordfeld“	67.42	64.47	64.62	64.54	65.5
15	Ruhrkohle meliert	69.68	68.50	68.33	68.41	69.0
16	Saarkohle Frankenholz	68.09	66.14	65.92	66.03	63.6
17	„ „	67.34	64.69	64.52	64.60	63.3
18	„ „	67.24	65.79	65.58	65.63	63.1
19	Pelaw Main	71.60	70.16	69.98	70.09	68.5
20	Wearmouth	70.16	69.21	69.41	69.31	67.5
21	Liévin	73.28	72.19	72.08	72.13	70.9
22	Merlenbach	64.45	63.30	63.42	63.36	62.0
23	Methil Camel	53.37	53.10	53.16	53.13	52.7
24	Tebrik	64.43	63.63	63.64	63.64	62.4

Gas- und Wasserfachmännern) auf Koksgehalt, Gasgiebigkeit usw. geprüft worden waren.

Es sei mir gestattet, dem Direktor des Gaswerks Zürich, Herrn Ingenieur Weiss, sowie dessen chemischen

Assistenten, Herrn Dr. Ott, auch an dieser Stelle für ihre Unterstützung bestens zu danken.

Mittels dieser Proben aus dem Gaswerk konnte ich die daselbst bei der Verkokung von je einem kg. Kohle erzielten Koksausbeuten vergleichen mit den nach Muck und der Bochumer Methode im Platintiegel erhältlichen. Es zeigte sich, dass die Resultate, die mittelst der Bochumer Methode erhalten wurden, im allgemeinen besser mit den Ergebnissen der Vergasungsversuche in der Gasanstalt übereinstimmten, als die nach Muck bestimmten, wie aus Tabelle II ersichtlich ist.

In Belgien verfährt man zur Ermittlung der Gasgiebigkeit von Kohlen und Briketts so, dass man bei Fettkohlen 1 gr, bei mageren 2 gr der feingepulverten Probe in einen Porzellantiegel gibt, der mit einem Deckel verschlossen wird und der, seinerseits, von Holzkohle umgeben und bedeckt, in einen grösseren Porzellantiegel eingesetzt wird. Das Ganze kommt in eine auf ungefähr 1050° erhitze Gasmuffel und bleibt $\frac{1}{2}$ Stunde darin. Der alsdann gefundene Gewichtsverlust der Probe, nach Abzug des vorher ermittelten Feuchtigkeitsgehalts derselben, wird als ihre Gasgiebigkeit bezeichnet. Ich habe gefunden, dass es nach dieser Methode am schwersten fällt, übereinstimmende Resultate zu erhalten, vergl. Tab. III.

In den Vereinigten Staaten von Amerika hat eine eigens bestellte Kohlenanalysenkommission eine Vorschrift ¹⁾ gegeben für die Bestimmung der flüchtigen Bestandteile in Kohlen, die eine Modifikation der Methode von Hinrichs ²⁾ darstellt. Nach dieser Vorschrift wird 1 gr der frischen, ungetrockneten, gepulverten Kohle in einem 20–30 gr wiegenden, mit gut schliessendem Deckel versehenem Platintiegel gegeben. Das Ganze wird in der vollen Flamme eines Bunsenbrenners, die frei brennend

¹⁾ J. Am. Chem. Soc. 21, 1122.

²⁾ Z. anal. Chem. 1869, 133. — Siehe Fischer, Brennstoffe 1, 110.

Tabelle III.

Nr.	Kohlenprobe	Koksausbeute		
		Versuch I	Versuch II	Mittel
1	Ruhrkohle I	73.85	72.87	73.36
2	„ II	73.81	73.97	73.89
3	Ruhrbriketts E. T.	82.19	81.81	82.00
4	„ Z. H.	82.85	82.59	82.72
5	Oberrheinische Briketts H. St. v. Strassburg	80.66	81.68	81.17
6	Oberrheinische Briketts H. St. von Rheinau	79.36	79.19	79.28
7	Saarkohle Altenwald	68.07	68.10	68.08
8	„ Brefeld	67.82	67.09	67.45
9	„ Dudweiler	66.95	67.18	67.06
10	„ König	63.42	63.82	63.62
11	Belg. Briketts H. H.	84.45	83.41	83.93
12	„ „ M. B. B.	83.46	83.44	83.45

20 cm hoch sein soll, an einem zugfreien Orte 7 Minuten lang erhitzt, wobei der Tiegel durch ein Platindreieck getragen wird, und sich dessen Boden 6—8 cm über der Brennermündung befindet. Von der Oberseite des Tiegeldeckels soll ein allfällig entstehender Beschlag abbrennen; die Innenseite soll mit Kohlenstoff bedeckt bleiben. Der Gewichtsverlust der Probe, nach Abzug ihrer Feuchtigkeit, gibt ihren Gehalt an flüchtigen Bestandteilen an.

Die nach dieser Methode bestimmten Koksausbeuten kommen auch nach meiner Erfahrung denen der Praxis am nächsten. Die Uebereinstimmung der Resultate ist vorzüglich, wofür folgende Belege (Tab. VI) zeugen mögen.

Nachstehende Tabelle V ist eine Zusammenstellung einer Anzahl von Bestimmungen der Kohlenausbeute nach den vier oben beschriebenen Untersuchungsmethoden. Die in den vier ersten Kolumnen angegebenen Koksmengen

Tabelle IV.

Nr.	Kohlenprobe	Koksausbeute		
		Versuch I	Versuch II	Mittel
1	Ruhrfettkohle a. Zeche „Konsolidation“	71.14	71.36	71.25
2	Ruhrbriketts D. T.	82.48	82.37	82.42
3	„ E. T.	79.71	79.26	79.48
4	Oberrheinische Briketts H.	78.02	77.94	77.98
5	„ „ H. St. von Rheinau	74.20	74.15	74.17
6	„ „ H. St. v. Strassburg	80.17	80.09	80.13
7	Saarkohle Altenwald I	64.64	64.47	64.55
8	„ „ II	66.49	66.48	66.48
9	„ v. d. Heydt	58.37	58.24	58.30
10	„ Klein Roseln I	61.58	61.58	61.58
11	„ „ II	57.42	57.51	57.47
12	Französisch. Anthrazit-Ostrieourt	89.13	89.00	89.06

sind Mittel aus zwei oder mehreren Bestimmungen in Prozenten der Rohkohle. Die vier letzten Kolumnen enthalten die hieraus berechneten Gasgiebigkeiten, ausgedrückt in Prozenten der brennbaren Substanz: es sind dies also die eigentlichen Vergleichswerte.

Aus den obigen Versuchsergebnissen geht hervor, dass die Muck'schen Koksahlen ausnahmslos höher ausfallen, als die nach den drei andern mitgeteilten Methoden ermittelten, und zwar im Durchschnitt um etwa 1—5 %. Da allgemein bekannt ist, dass das Koksausbringen im Grossen um ungefähr ebensoviel niedriger ausfällt, als der Tiegelverkokung nach Muck entspricht, so folgt hieraus, dass die Bochumer Methode der Bestimmung der Koksausbeute ein richtigeres Bild gibt von dem Verhalten der betreffenden Brennstoffe im Grossbetriebe als die Muck'sche. Da sich bei Anwendung der Bochumer Methode ausserdem leichter übereinstimmende Resultate erzielen lassen,

und die danach ermittelten Koksausbeuten den belgischen und amerikanischen näher stehen, als die nach Muck ermittelten, habe ich in dieser Arbeit die nach der Bochumer Methode erhaltenen Gasgiebigkeiten meinen Berechnungen zu Grunde gelegt.

Tabelle V.

Nr.	Kohlenprobe	Koksausbeuten i. Prozenten der Reinkohle			Gasgiebigkeiten in Prozenten der Reinkohle		
		nach Muck	nach Bochum	ameri-kanisch	nach Muck	nach Bochum	ameri-kanisch
1	Ruhrfettkohle „Konsolidation“	74.2	72.8	71.3	26.7	28.2	29.1
2	Ruhrbriketts D. T.	86.5	83.1	82.4	13.6	17.3	18.1
3	„ E. T. 1	84.3	82.5	—	16.8	18.8	—
4	„ E. T. 2	81.8	79.8	79.5	19.3	21.5	21.8
5	Oberrhein. Briketts v. Rheinau 1	85.3	83.2	—	15.2	17.5	—
6	„ „ „ 2	81.6	78.6	78.0	18.4	21.8	22.5
7	„ „ „ Strassbg. 1	85.3	80.2	—	14.6	20.0	—
8	„ „ „ 2	80.3	77.8	77.8	20.2	23.0	23.0
9	Ruhrbriketts Z. H.	86.2	82.3	—	14.2	18.4	—
10	Saarkohle Altenwald 1	70.8	67.1	—	29.1	33.9	—
11	„ „ 2	70.9	67.6	—	30.0	33.6	—
12	„ „ 3	69.5	67.1	66.5	31.7	34.3	35.0
13	„ „ 4	68.3	66.5	64.6	32.9	34.8	36.9
14	Brefeld	70.3	66.8	—	30.7	34.5	—
15	Dudweiler	71.0	69.4	—	28.9	30.1	—
16	König	66.2	64.1	—	34.5	36.7	—
17	Maybach	76.3	71.6	—	29.0	35.0	—
18	Klein-Rossein 1	61.5	58.2	57.5	39.0	42.6	43.4
19	„ 2	65.0	61.8	61.6	36.1	39.6	—
20	Belgische Briketts H. H. . . .	86.5	83.7	—	13.8	16.8	—
21	Französische Anthrazit-Ostricourt	91.8	89.4	89.0	8.1	10.7	11.0

II. Teil.

Steinkohlentheerpech.

Das zur Brikettherstellung verwendete Bindemittel ist hauptsächlich *halbweiches Steinkohlentheerpech*, welches entweder durch Zusatz von Schweröl oder Naphtalin zu Hartpech „wiederbelebt“ worden ist ¹⁾ oder dadurch gewonnen wird, dass man mit der Destillation des Steinkohlenteers aufhört, wenn das Anthracenöl etwa zur Hälfte abgetrieben ist ²⁾.

Andere Bindemittel wie Stärkekleister, Eiweiss, Lehm, Wasserglas etc., werden heute selten oder gar nicht mehr gebraucht, so dass ich hier nur das Steinkohlentheerpech untersucht habe.

Ich habe der Untersuchung unterzogen: 50 deutsche, 11 englische, 1 schweizerisches, 1 belgisches, 3 französische und 3 holländische Peche. Die genannten 69 Proben habe ich untersucht:

1. auf ihren Gehalt an Koksrückstand;
2. auf ihre Erweichungs- und Schmelztemperatur;
3. auf ihr Verhalten in erweichtem Zustande;
4. auf ihren Gehalt an schwefelkohlenstofflöslicher

Substanz.

¹⁾ Lunge-Kühler. Die Industrie des Steinkohlenteers und Ammoniaks, IV. Aufl., 1, 408.

²⁾ H. Kühler. Die Chemie und Technologie der natürlichen und künstlichen Asphalte, Braunschweig 1904, 96.

Für einzelne davon, habe ich ihre Verbrennungswärme bezw. Brennwert, Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Schwefelgehalt festgestellt.

1. Bestimmung des Gehalts an Koksrückstand.

Diese Operationen wurden nach der Bochumer Methode (siehe oben) gemacht. Hier ist aber besonders zu beachten, dass die sich zuletzt entwickelnden flüchtigen Bestandteile ziemlich schwer brennbar sind; um also sicher zu sein dass die Bestimmung zu Ende ist, nähert man eine zweite Flamme der Oeffnung des Tiegeldeckels und sieht, ob eventuell brennbare Gase sich entzünden; ist dies der Fall, so wiederholt man diese Operation bis das Flämmchen vollständig verschwindet. Im Anschluss an die Koksbestimmung, wird die Asche durch Glühen des Koks bestimmt. Nach Muck ¹⁾ hat die Menge des Verkokungsrückstandes keinen Wert für die Beurteilung von Brikettpech. Dies stimmt durchaus nicht mit meinen Erfahrungen. Wie ich in diesem Teil meiner Arbeit zeigen werde, ist ein Steinkohlenteerpech um so plastischer und bindekräftiger, je löslicher es in Schwefelkohlenstoff ist. Die Löslichkeit in Schwefelkohlenstoff nimmt aber mit steigendem Koksgehalt der Peche ab, folglich sind Peche mit hohem Koksrückstand (45 %) nicht günstig zur Brikettherstellung.

Auch die Angabe von Muck (l. c.), dass Peche, welche einen geblähten Koks hinterlassen, sich zur Brikettfabrikation nicht eignen, stimmt nicht mit den mir bekannt gewordenen Erfahrungen der Brikettfabrikanten überein.

2. Bestimmung der Erweichungs- und Schmelzpunkte.

Die Erweichungspunkte bestimmte ich auf die einfache und praktische Weise, wie sie in dem schon ange-

¹⁾ Zeitschrift für Berg-, Hütten- und Salinenwesen im Preussischen Staate, Band XXXVII.

fürten Werke von Lunge-Köhler ¹⁾ angegeben sind. Die Schmelzpunkte werden nach der Methode von Kraemer und Sarnow ²⁾ ermittelt; die nach dieser Methode erhaltenen Zahlen sind gut übereinstimmend, doch etwas verschieden von den nach andern Methoden gefundenen. Sie werden beeinflusst durch die Weite des Röhrchens, die Dicke der Pechschicht in demselben und die Höhe der Quecksilbersäule.

4. Verhalten des Peches in erweichtem Zustande.

Die Qualität der Pechе (ihre Verwendbarkeit zur Brikettherstellung) habe ich in derselben Weise beurteilt, wie dies im bergwerkschaftlichen Laboratorium zu Bochum geschieht; auf Grund der Beobachtung der Erweichungs- und Schmelztemperaturen, sowie des Verhaltens der Pechе im erweichten Zustande: ob sie sich dann zu langen biegsamen Fäden ausziehen lassen oder nicht; ob diese glatt oder rauh sind; ob sie längere Zeit elastisch bleiben oder nicht.

4. Bestimmung des Gehalts an schwefelkohlenstofflöslicher Substanz.

Da jedes Pech freien Kohlenstoff enthält (Kohlenstaub), war es zunächst meine Aufgabe, bei einer möglichst grossen Zahl von Pechen verschiedenen Ursprungs, die in der Brikettfabrikation Verwendung finden, den Gehalt an löslichen Substanzen zu ermitteln. Als Lösungsmittel fand ich zweckmässig, reinen Schwefelkohlenstoff anzuwenden. Die Löslichkeitsbestimmung führe ich folgendermassen aus: Um die zu untersuchende Pechprobe durch das Lösungsmittel (CS_2) angreifbarer zu machen, mische

¹⁾ Auf S. 432.

²⁾ Chem. Ind. 1908, 26, 55.

ich sie mit ungefähr der zehnfachen Gewichtsmenge ausgeglühtem Seesand, indem ich wie folgt verfähre: 1—2 Gramm möglichst fein verriebenes Pech werden in einem Wägegias mit Stopfen abgewogen. Hierauf wird Sand hinzugegeben und durch Umschütteln mit dem Pech gemengt. Nachher wird der Inhalt des Wägegias in eine Extraktionshülse geschüttet, der Rückstand aus dem Glase mit etwas Sand in die Hülse nachgespült und mit etwas Watte bedeckt. Die so beschickte Hülse wird in einen Soxhletapparat gebracht und so lange mit Schwefelkohlenstoff extrahiert bis das Lösungsmittel auch nach längerer Berührung mit dem Hülseninhalte vollkommen farblos erscheint. Dies dauert bei Anwendung von 2 Gramm Pech etwa dreimal 24 Stunden. Nach dem Abdestillieren des Schwefelkohlenstoffs aus dem tarierten Kölbchen wird der Rückstand getrocknet. Diese letzte Operation bot mir am Anfang einige Schwierigkeiten. Versuchsweise probierte ich die Bestimmung des Extraktes dadurch etwas zu beschleunigen, dass ich das letztere erhitzte, um es möglichst schnell zu trocknen. Ich beobachtete jedoch, dass dabei das Gewicht des Extraktes bei 100° C. immer mehr abnimmt, wie folgendes Beispiel zeigt:

30 Stunden bei 100° C.	14.7992
18 " " " "	14.7950
48 " " " "	14.7866
24 " " " "	14.7820
4 Tage " " " "	14.7745

Im Kohlensäurestrom waren die Resultate noch viel ungünstiger, ein Zeichen dafür, dass schon bei dieser Temperatur (100° C.) eine teilweise Verflüchtigung der Substanz stattfindet. Sogar im Acetontrockenschrank wurden Verluste an Substanz beobachtet. Der Rückstand der Extraktion kann nur im Vacuumexikkator über Phosphor-pentoxyd bis zur Gewichtskonstanz getrocknet werden, was 4—5 Tage dauert.

Durch Vergleichung des Verhaltens der untersuchten Proben in erweichtem Zustande mit dem Gehalte derselben an schwefelkohlenstofflöslicher Substanz habe ich gefunden: je löslicher ein Pech in Schwefelkohlenstoff war, desto plastischer erwies es sich in der Wärme, und desto geeigneter schien es mir zur Brikettfabrikation.

Dies ist auch leicht erklärlich: Das was im Pech in Schwefelkohlenstoff unlöslich ist, ist Kohle, also kein Bindemittel. Von zwei Pechen, die annähernd dieselbe Erweichungs- und Schmelztemperatur aufweisen, wird dasjenige das bindekräftigere sein, welches am meisten in Schwefelkohlenstoff löslich ist.

Ich glaube daher, ausser dem physikalischen Verhalten eines Pechs, den Grad der Löslichkeit desselben in Schwefelkohlenstoff als ein gutes Kriterium für seine Brauchbarkeit zur Brikettfabrikation bezeichnen zu dürfen.

Nach der nachstehenden Tabelle VI, schwankt der Gehalt der untersuchten Pechen an schwefelkohlenstofflöslicher Substanz innerhalb weiter Grenzen, zwischen 60,4 und 95 %. Es ist also nicht angängig, aus dem ermittelten Extraktgehalte eines Briketts einen Rückschluss auf dessen Pechgehalt zu ziehen.

Da ich aber aus meinen Untersuchungen schliessen darf, dass Pechen mit hohem Extraktgehalte bindekräftiger sind als solche mit niederem, so folgt daraus, dass man durch Zusatz einer geringeren Menge eines extraktreichen Pechs zu einer Feinkohle dieser ebensoviel Bindemittel zuführt, wie mit einem grösseren Quantum eines extraktarmen Pechs. Ohne aus der Bestimmung des Schwefelkohlenstofflöslichen einer Brikettsorte deren ursprünglichen Gehalt angeben zu können, kann ich doch auf Grund der oben mitgetheilten Versuchsergebnisse beurteilen, ob ein Brikett genügende Bindemittel enthält oder nicht.

Es wird im allgemeinen angenommen, dass ein gutes Steinkohlenbrikett nicht weniger als 7 % Pech enthalten

Tabelle VI.

Nr	Erweich- Temp. °C	Schmelz- Temp. °C	Extrakt %	Asche %	Verkokungsrückstand	
					%	Beschaffenheit
1	40	51	60.43	0.44	47.74	geflossen
2	50	57	62.64	0.19	48.79	"
3	53	61	67.82	0.27	35.38	"
4	50	60 ¹ / ₂	65.35	0.04	47.77	"
5	47	58—60	70.58	0.19	36.27	gesintert
6	44	53	67.11	0.81	46.57	gefl., etwas gebläht
7	45	52	64.32	0.15	50.61	"
8	50	61	66.59	0.12	49.82	"
9	50	58	87.50	0.18	32.54	geflossen
10	47	54 ¹ / ₂	89.07	0.20	31.36	"
11	47	59	64.60	0.54	50.47	gefl., sehr stark gebläht
12	50	61	87.21	0.29	32.36	geflossen
13	49	55—56	64.60	0.19	53.04	"
14	55	60	73.25	0.25	43.35	"
15	51	54—55 ¹ / ₂	69.72	0.13	46.96	"
16	51	59 ¹ / ₂	88.06	0.26	30.90	"
17	43	52—53	71.43	0.15	45.73	"
18	62 ¹ / ₂	69	61.78	2.54	45.68	"
19	53	61—62	85.60	0.17	34.14	"
20	56	63	90.21	0.25	30.45	"
21	37—38	44	88.21	0.31	29.17	"
22	56	69	70.10	0.33	42.96	"
23	57	61	87.53	0.16	32.00	"
24	54	64—65	83.50	0.44	33.70	"
25	54	63	85.30	0.32	32.66	"
26	50—51	60	78.68	0.14	40.60	"
27	48	57	89.50	0.27	29.28	"
28	52	59	63.58	0.19	50.28	"
29	46	53	88.84	0.27	28.98	"
30	52	66	75.40	0.18	36.95	"
31	50	57	69.88	0.21	44.94	"
32	54	62	88.63	0.30	29.78	"
33	43	49	91.22	0.20	25.46	"
34	42	55	91.56	0.22	26.55	"
35	45	55—57	93.57	0.19	25.55	"

Tabelle VI (Fortsetzung).

№	Erweich- Temp. °C.	Schmelz- Temp. °C.	Extrakt %	Asche %	Verkokungsrückstand	
					%	Beschaffenheit
36	61—62	68—69	90.30	0.29	28.95	geflossen
37	50	59—60	90.91	0.31	29.76	"
38	52	62—64	86.48	0.35	34.66	"
39	52	60	81.27	1.02	36.91	"
40	50	61	88.54	0.23	31.47	"
41	52	62.5	71.57	0.28	45.94	"
42	65	73.5	85.48	0.23	34.53	"
43	58	65.5	72.51	0.11	42.32	"
44	58	68.5	76.76	0.32	40.47	"
45	60	67.5	93.35	0.26	27.27	"
46	49	60.5	68.20	0.24	48.01	"
47	67	74.5	90.28	0.23	31.27	"
48	57	64	92.95	0.24	28.28	"
49	60	69	87.00	0.40	34.19	"
50	57	65	86.86	1.42	32.35	"
51	54	58	94.01	0.17	28.37	"
52	—	62	95.00	0.21	26.10	"
53	60	70—71	93.47	0.21	29.14	"
54	50	60	76.31	0.23	42.95	"
55	60	69	92.52	0.19	28.22	"
56	51	58	82.25	0.72	34.20	"
57	48	63	79.86	0.27	35.88	"
58	37	48	78.47	0.25	38.10	"
59	55	62	93.50	0.20	26.67	"
60	70	76	89.22	0.25	31.64	"
61	47	60	92.56	0.13	26.58	"
62	47	58	93.92	0.29	26.76	"
63	—	74	62.82	1.14	48.06	"
64	60	71	67.28	0.17	51.25	"
65	59	69	74.95	0.22	42.20	"
66	63	67	68.02	0.24	50.23	"
67	58	66	71.61	0.57	47.89	"
68	50—52	56.5	66.68	1.43	50.44	"
69	53	60	70.42	0.35	46.27	"

solle. Unter der Voraussetzung, dass das von mir gefundene Mittel — 79.8 % Extraktgehalt — dem Gehalte an schwefelkohlenstofflöslicher Substanz eines guten, d. h. bindekräftigen Pechs entspreche, würde ein solches Briкетт 7 % mal 79.8 % = 5.59 % Extraktgehalt geben müssen. Würde der Fabrikant dieses Briкеттs an Stelle des „mittleren“ Pechs ein anderes verwenden, welches nur 65 % Schwefelkohlenstofflösliches enthielte, so müsste er 8.6 % von diesem Pech anwenden, um ebensoviel Bindesubstanz in seinem Briкетт zu haben wie im ersteren Falle, d. h. um ebenso feste Briкеттs zu erzeugen, da, wie ja oben gezeigt worden ist, das in Schwefelkohlenstoff Nichtlösliche als Bindemittel nicht fungiert. Andererseits würde es bei Anwendung eines Pechs, das 90 % Extrakt gibt, genügen 6.2 % desselben der Feinkohle zuzusetzen, um daraus Briкеттs von derselben Festigkeit herzustellen, wie mit 7 % Pech von mittlerem Extraktgehalt von 79.8 %.

Im Anschluss an die beschriebene Qualitätsprüfung der Pechе habe ich eine vollständige kalorimetrische und chemische Untersuchung von 12 Pechproben ausgeführt, um zu prüfen ob der Heizwert und die chemische Zusammensetzung eines Steinkohlenteerpechs im Zusammenhang stehen mit seiner Bindekraft. Es hat sich in der Tat herausgestellt, dass ein niedriger Heizwert (unter 8550 cal.) und ein hoher Wasserstoffgehalt (über 5 %) für wenig bindekräftige Pechе charakteristisch zu sein scheinen. Zum Beleg hierfür, diene umstehende Tabelle VII der Eigenschaften und des Verhaltens von 11 halbweichen Pechen und einem Weichpech. Bezüglich der Ausführung der Versuche verweise ich auf den IV. Teil meiner Arbeit.

Tabelle VII.

Nr.	Herkunft des Pechs	C		H		O+N + S %	Feuchtigkeit %	Asche %	Verbrennungswärme	Verbrennungswärme d. Reinpechs	Heizwert	Koks		Extrakt	Erweich. Temp. °C.	Schmelz. Temp.	Bindekraft
		%	%	%	%							%	Aussehen				
3	Retorterp. Zürich	88.32	5.87	6.94	0	0.27	8657	8650	8367	53.38	gelblos	67.82	53	61			schlecht
4	Hüniger Pech	92.59	4.60	2.77	0	0.04	8747	8750	8499	47.77	"	65.35	50	60.5			gut
17	Englisches Pech	92.46	4.27	3.12	0	0.15	8825	8838	8594	45.73	"	71.43	43	52—53			schlecht
18	Zeche Deut. Kaiser	85.14	4.45	7.87	0	2.54	8100	8311	7860	45.68	"	61.78	62 1/2	69			unbrauchbar
20	Ch. Fab. Lindenhof	91.20	4.73	3.82	0	0.25	8901	8923	8646	30.45	"	90.21	56	63			gut
21	Zeche Holland	91.60	4.89	3.20	0	0.31	8859	8886	8595	29.17	"	88.21	57—58	44			weichpech
23	Deutsches Pech	91.04	4.84	3.96	0	0.16	8821	8835	8560	32.00	"	87.53	57	61			gut
24	Z. König Ludwig	90.71	4.29	4.37	0.19	0.44	8795	8851	8562	33.70	"	83.50	54	64—65			gut
49	Deutsches Pech	92.01	4.70	2.74	0.15	0.40	8812	8861	8567	34.19	"	87.00	60	69			gut
50	Deutsches Pech	89.77	4.65	3.96	0.20	1.42	8777	8922	8525	32.35	"	86.86	57	65			nicht gut
56	Deutsches Pech	91.21	4.52	3.47	0.08	0.72	8852	8923	8607	34.20	"	82.25	51	58			gut
60	Z. Mathias Stinnes	91.24	4.76	3.75	0	0.25	8844	8866	8587	31.64	"	89.22	70	76			gut

III. Teil.

Methode zur quantitativen Ermittlung des Gehalts an Bindemittel bei Steinkohlenbriketts.

Um den Gehalt von Steinkohlenbriketts an Bindemittel zu bestimmen, verfähre ich in derselben Weise, wie oben für Pech angegeben. Da jedoch in den Briketts das Pech bereits durch Kohle verdünnt ist, braucht man keinen Sand zuzusetzen. Man trägt ungefähr 10 Gramm der feingepulverten Briketts direkt in die Extraktionshülse ein, und verschliesst sie mit einem doppelten Wattepfropfen. Die Extraktion im Soxhletapparat dauert etwa zweimal 24 Stunden, das Trocknen des Extrakts (im Vacuum über $P_2 O_5$ ungefähr 3 Tage. Die gefundenen Zahlen stimmen recht gut aufeinander. Zum Beleg hierfür lasse ich eine Anzahl Kontrollbestimmungen folgen, die ich als Stichprobe (aufeinanderfolgend) den Hunderten von Bestimmungen entnehme, die ich nach dieser Methode ausgeführt habe.

Brikett No.		Probe I.	Probe II	Differenz
		%	%	%
1		5.33	5.31	0.02
2		5.47	5.47	0.00
3		6.27	6.45	0.18
4		4.44	4.28	0.16
5		3.33	4.44	0.11

Brikett No.		Probe I.	Probe II.	Differenz
		%	%	%
6		6.29	6.43	0.14
"	"	5.72	5.61	0.11
"	"	5.24	5.38	0.14
"	"	4.38	4.38	0.00
"	"	4.44	4.45	0.01
"	"	4.77	4.70	0.07
"	"	5.22	5.19	0.03

Da der Gehalt der 69 bisher von mir untersuchten Pechen an schwefelkohlenstofflöslicher Substanz im Mittel rund 80 % beträgt, da ferner angenommen wird, dass ein gutes Brikett nicht unter 7 % Pech enthalten soll, *so betrachte ich Briketts, die weniger als 5 % Schwefelkohlenstoffextrakt geben als solche, die einen ungenügenden Pechzusatz bekommen haben.*

Bei Briketts, die aus Fettkohlen hergestellt sind, genügt ein geringerer Zusatz von Pech, um ihnen eine genügende Kohäsion zu geben. Bei diesen gibt aber nach meinen Erfahrungen schon die Feinkohle bis zu 1 % lösliche Bestandteile ab. Dies würde also einem Mittel von ungefähr 0.8 % Pech entsprechen. Um diesen Betrag wird also der Extraktgehalt höher gefunden werden, als dem Pechzusatz entspricht, so dass also auch in solchen Fällen der Extraktgehalt (und nicht der Pechgehalt) ein treues Bild der Kohäsion der untersuchten Briketts gibt.

Diese Schlussfolgerungen werden durch folgende mechanische Versuche bestätigt: Von zwei Lieferungen Briketts (A. und B.), die beide aus derselben Feinkohle hergestellt waren, war die eine (B.) wegen ungenügender Festigkeit der Briketts beanstandet worden. Diese Briketts waren zum grössten Teile so morsch und abgebröckelt, dass eine Durchschnittsprobe davon nicht auf Druckfestigkeit geprüft werden konnte. Es wurde den beiden Lieferungen je eine grössere Durchschnittsprobe entnommen [und deren Inhalt an schwefelkohlenstofflöslicher Substanz bestimmt.

Die Briketts A (fest) ergaben 5,35 % Extrakt

„ „ B (locker) „ 4.49 „ „

Hierauf wurden aus beiden Lieferungen je sechs tadellose, glattflächige und scharfkantige Briketts herausgesucht, und dieselben, sorgfältigst verpackt, der Materialprüfungsanstalt am eidg. Polytechnikum zur Ermittlung der Druckfestigkeit übergeben.

Die Druckfestigkeit in Tonnen pro Quadratzentimeter betrug:

bei den 6 ausgesuchten Briketts A im Mittel 35,3

„ „ 6 „ „ B „ „ 36,0

Wie die Druckfestigkeit hier gleich gefunden wurde, so erwies sich auch der Gehalt an Bindemittel der ausgesuchten Briketts beider Lieferungen praktisch gleich:

Die 6 Briketts A ergaben 5.94 % Extrakt,

„ 6 „ B „ 5.56 % „

während der Durchschnitt des Extraktgehaltes der lockeren Briketts B nur 4.49 % betragen hatte.



IV. Teil.

Vollständige kalorimetrische und chemische Untersuchung von 6 Steinkohlenbriketts, nebst den dazu verwendeten Feinkohlen und Pechen.

a) Der Heizwert sämtlicher Proben wurde ermittelt durch Bestimmung ihrer Verbrennungswärme unter Benützung von 3 verschiedenen kalorimetrischen Bomben (eine nach Mahler, eine nach Bunte und eine nach Langbein). Zur Zündung wurde abwechselnd Eisendraht und Baumwollfaden benützt. Die bei der Verbrennung in der Bombe gebildete Schwefelsäure wurde nach Langbein ¹⁾ bestimmt.

b) Die quantitative Ermittlung von Kohlenstoff und Wasserstoff erfolgte nach der gewöhnlichen Verbrennungsmethode. Die abgewogene Substanzmenge (0.2—0.3 gr Kohle oder Pech) wurde immer in Schiffchen zuerst mit Luft, bis zur Entgasung der Substanz, und dann mit Sauerstoff verbrannt, eine am vorderen Ende der Verbrennungsröhre befindliche Schicht Bleichromat absorbierte das entstehende Schwefeldioxyd.

c) Zur Bestimmung der unverbrennlichen Bestandteile wurden die Kohlen in einer kleinen Muffel verascht;

¹⁾ Zeitschrift für angew. Chemie 1909, Heft 49 und 50.

die erhaltenen Resultate stimmen ganz gut mit denjenigen der Tiegelmethode; für Pech ergab die Einäscherung des Koksrückstandes den Aschengehalt derselben.

d) Um den Gehalt an hygroskopischem Wasser der Feinkohlen und Briketts festzustellen, habe ich die zubereiteten Proben in Wägegläschen mit eingeschliffenem Stöpsel abgewogen und dieselben 2 Stunden lang im Toluoltrockenschrank erhitzt. Da das Pech bei dieser Temperatur (wie schon erwähnt) flüchtige Bestandteile verlieren kann, wurde es im Vacuumexsikator über Phosphorentoxyd bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Die benutzten Methoden zur Bestimmung des Verkokungsrückstandes und der in Schwefelkohlenstoff löslichen Substanzen sind schon im ersten und zweiten Teile dieser Arbeit beschrieben worden.

Die aus der Elementaranalyse abgeleiteten Heizwerte sind nach der sog. deutschen Formel:

$$81C + 290 \left(H + \frac{O+N}{8} \right) + 25S - 6W$$

berechnet worden.

Der Pechgehalt der Briketts wurde mittelst der Formel

$$\frac{\left(b - a + \frac{7a}{100} \right) 100}{c}$$

bestimmt, wobei a, b und c die gefundenen Extraktgehalte der Feinkohle, des Briketts und des Pechs bedeuten; 7 ist der mittlere Pechgehalt für Briketts.

Die chemische Analyse der Brikettprobe F, sowie deren Feinkohle ergab, dass Letztere nicht identisch mit dem Material war, welches zur Herstellung dieses Briketts verwendet wurde. Infolgedessen war eine Ermittlung des Pechgehaltes dieser Brikettprobe nicht möglich.

Brikett von Zeche D.

A. Chemische Untersuchung.

1. Zusammensetzung des luft-trockenen Briketts.

Hygroskopisches Wasser	1.03 %
Asche	4.38 %
Brennbare Substanz . .	94.59 %
	100.00 %

2. Verkokung.

Das lufttrockene Brikett lieferte
 $76.27\% = 76.6\%$ der Reinkohle
 Koke geflossen und gebläht
 und gibt daher

Fixen Kohlenstoff . .	71.89 %
Flüchtige Bestandteile .	22.70 %
Asche	4.38 %
Wasser	1.03 %
	100.00 %

3. Elementaranalyse des lufttrockenen Briketts.

Kohlenstoff	83.78 %
Wasserstoff	4.60 %
Sauerstoff und Stickstoff . .	5.09 %
Schwefel	1.12 %
Asche	4.38 %
Wasser	1.03 %
	100.00 %

Hiernach berechnet sich
 der Heizwert

pro 1 gr des lufttrockenen Briketts zu 7956 cal.

B. Extraktgehalt.

Schwefelkohlenstoffextrakt des wasserfreien Briketts: 5.30 %.

Aus den Extraktgehalten des Briketts, des Pechs und der Feinkohle
 berechnet sich der *Pechgehalt* des wasserfreien Briketts zu 5.37 %.

C. Calorimetrische Untersuchung.

Beobachtungen.

Gewicht des verbrannten Pechs	gr	0.5013	0.4999
„ des Calorimeterwassers	gr	2610.1	3610.1
Wärmekapazität der Metallteile	gr	689.9	689.9
Wasserwert des ganzen Apparates in Grammen	gr	3300.0	3300.0
Temperaturerhöhung im Calorimeter	°C	1.3433	1.3388
Korrekturf. Abkühlungsverluste während d. Versuchs	°C	0.0005	0.0006
Wirkliche Temperaturerhöhung	°C	1.3438	1.3394

Versuchsergebnisse.

Beobachtete Wärmemenge	cal.	4434.5	4420.0
Korrektur für Zündung und Salpetersäure	cal.	15.6	14.6
		4418.9	4405.4
Verbrennungswärme von 1 gr des Pechs zu Kohlen- säure und (flüssigem) Wasser in Grammedorien	cal.	8815	8813
Korrektur für gebildete Schwefelsäure	cal.	19	19
Menge des Verbrennungswassers	gr	0.3880	0.3880
Latente Verdampfungswärme	cal.	233	233
Verbrennungswärme von 1 gr des Pechs zu Kohlen- säure u. Wasserdampf v. mittlerer Lufttemperatur	cal.	8563	8561
Heizwert im Mittel	cal.	8562	

D. Vergleichswerte.

Die brennbare Substanz ent-
hält auf 100 Teile berechnet

Kohlenstoff	91.29 %
Wasserstoff :	4.31 %
Sauerstoff und Stickstoff	3.53 %
Schwefel	0.87 %
	100.00 %

Die Verbrennungs-
wärme des wasserfreien

Pechs berechnet sich zu: 8812 cal.

Die Verbrennungs-
wärme des wasser- und

aschenfreien Pechs be-

rechnet sich zu: . . . 8851 cal

Tabellarische Zusammenstellung der Versuchsergebnisse.

Tabelle VIII.

Proben der Zeche A.

Substanz	Kohlenstoff o/o	Wasser- stoff o/o	Sauerstoff n o/o	Schwefel o/o	Fruchtig- keit o/o	Asche o/o	Brennbare Substanz o/o	Koks o/o	Extrakt o/o	Ver- brennungs- wärme	Verdampf- ungswärme	Heizwert Kilogramm- tisch bestimmt	Nach der Formel berechnet
Feinkohle	83.00 82.98 82.95	3.93 3.94 4.33 3.96	0.75 0.79 0.83	0.81 0.84 0.86	7.10 7.12 7.14	7.12 92.04 87.04	87.13 87.04 87.04	0.30 0.30 0.30	79.23 79.18 79.13	7918 212 7695	7705 7700 7722		
Pech	91.29 91.21 91.13	4.49 4.52 2.63 4.55	0.88 0.84 0.80	0.06 0.08 0.10	0.69 0.72 0.74	92.99 20 34.28	34.11 34.20 34.28	-2.16 82.2 82.34	8858 8852 8816	8601 8607 8613	8624		
Brikett	83.64 83.57 83.94	3.89 3.96 4.12 4.02	0.80 0.84 0.88	0.77 0.77 0.77	6.69 6.74 6.76	92.49 84.06	84.00 84.03 84.06	5.14 5.16 5.18	7971 7977 7983	7977 219 7764	7752 7758 7786		

Umgerechnet auf wasserfreie Substanz.

Feinkohle	83.68	3.98	4.36	0.80	0	7.18	92.82	87.82	0.30	7985	215	7770	7792
Pech	91.28	4.52	2.64	0.84	0	0.72	99.28	34.23	82.32	8859	244	8615	8632
Brikett	84.22	3.99	4.16	0.84	0	6.79	93.21	84.68	5.20	8039	216	7823	7851

Zusammenstellung der gefundenen Werte mit denjenigen aus den Summen der berechneten Gehalte an Feinkohle und Pech.

Brikett (gefunden)	84.22					6.79		84.68		8039		7823	
Brikett (berechnet aus 84.02 Pech u. 84.02 % Feink.)	84.14					6.79		84.58		8037		7820	

Tabellarische Zusammenstellung der Versuchsergebnisse. **Tabelle IX.**
Proben der Zeche B

Substanz	Kohlenstoff %	Wasser- stoff %	Sauerstoff %	Schwefel %	Feuchtig- keit %	Asche %	Flüchtige Substanz %	Koks %	Extrakt %	Ver- brennungs- wärme	Verdaulich- keitszahl	metrisch beurteilt	Heizwert	nach der verbände- formel
Feinkohle	80.90 80.85	4.02 4.03	4.03 4.99	0.88 0.94	0.99 0.98	8.20 8.20	90.81 90.81	84.58 84.65	0.55 0.53	7795 7798	7797 7797	7571 7574	7573	7563
Pech	90.71 90.71	4.26 4.31	4.29 3.51	0.90 0.82	0.19 0.19	0.44 0.44	99.37 99.37	33.79 33.60	83.27 83.51	8796 8795	8795 8795	8563 8561	8562	8485
Brikett	81.50 81.64	4.10 4.11	4.10 4.73	0.78 0.78	1.04 1.01	7.84 7.74	77.91 77.91	81.22 81.10	6.31 6.32	7870 7860	7865 7865	7642 7632	7637	7636
Umgerechnet auf wasserfreie Substanz.														
Feinkohle	81.69	4.07	5.04	0.92	0	8.28	91.72	85.47	0.54	7875	220	7655	7645	
Pech	90.88	4.30	3.52	0.86	0	0.44	99.56	33.75	83.67	8812	232	8580	8503	
Brikett	82.41	4.15	4.78	0.79	0	7.87	92.13	82.00	6.38	7947	224	7723	7716	

Zusammenstellung der gefundenen Werte mit denjenigen aus den Summen der berechneten
 Gehalte an Feinkohle und Pech.

Brikett (gefunden)	82.41					7.87		82.00		7947		7728		
Brikett (berechnet mit 70.3 % Pech u. 92.97 % Feink.)	82.34					7.73		81.83		7940		7720		

Tabellarische Zusammenstellung der Versuchsergebnisse. Tabelle X.
Proben der Zeche C.

Substanz	Kohlenstoff %	Wasser- stoff %	Sauerstoff %	Schwefel %	Feuchtig- keit %	Asche %	Brennbare Substanz %	Koks %	Extrakt %	Ver- brennungs- wärme	Verdamp- fungsrätze	kalorien- inhalt	Heizwert bestimmt	Nach der Formel berechnet
Feinkohle	83.94 83.84	3.84 3.88	4.02 4.02	0.80 0.82	1.10 1.06	6.33 6.35	6.34 92.58	88.14 88.19	0.30 0.30	7987 7986	7772 7771	7772 7771	7772 7771	7783
Pech	89.81 89.72	4.63 4.66	3.04 3.04	0.88 0.95	0.21 0.19	1.44 1.39	1.42 98.38	32.35 32.34	86.88 86.83	8781 8772	8777 8777	8629 8620	8625 8620	8532
Brikett	84.37 84.26	3.84 3.93	4.14 4.14	0.80 0.90	0.88 0.88	5.94 5.90	5.92 93.20	84.62 84.45	6.40 6.30	8035 8048	8042 8042	7820 7833	7826 7833	7823
Umgerechnet auf wasserfreie Substanz.														
Feinkohle	84.81	3.90	4.06	0.82	0	6.41	93.59	89.13	0.30	8074	211	7863	7874	
Pech	89.95	4.66	3.05	0.92	0	1.42	98.58	32.42	87.03	8795	252	8543	8550	
Brikett	85.07	3.92	4.18	0.86	0	5.97	94.03	85.29	6.41	8113	212	7901	7898	
Zusammenstellung der gefundenen Werte mit denjenigen aus den Summen der berechneten Gehalte an Feinkohle und Pech.														
Brikett (gefunden)	85.07					5.97		85.29		8113		7901		
Brikett (berechnet mit 7.04 % Pech u. 0.02 % Feuk.)	85.17					6.05		85.13		8125		7911		

Tabellarische Zusammenstellung der Versuchsergebnisse.
Proben der Zeche D.

Tabelle XI.

substanz	Kohlenstoff	Wasser- stoff	Sauerstoff	Schwefel	Feuchtig- keit	Asche	Brennstoff- Substanz	Koks	Extrakt	Ver- brennungs- wärme	Verdampf- ungswärme	Heizwert nach der Formel
	$\frac{w_c}{100}$	$\frac{w_h}{100}$	$\frac{w_o}{100}$	$\frac{w_s}{100}$	$\frac{w_g}{100}$	$\frac{w_a}{100}$	$\frac{w_b}{100}$	$\frac{w_k}{100}$	$\frac{w_e}{100}$			$\frac{H}{10000}$
Feinkohle	83.22	4.61	4.61	0.89	0.89	4.88	4.94	94.17	79.65	79.56	0.59	8091
	83.18	4.61		0.89	0.89	5.00		79.47	0.59	8090	8091	7837
Pech	91.65	4.84	4.89	2.18	1.01	0.00	0.31	99.69	29.09	29.17	88.27	8593
	91.55	4.93		1.03	1.02	0.00	0.31	99.25	88.21	8860	8859	8785
Brikett	83.98	4.62	4.60	5.69	1.11	4.37	4.38	94.59	76.26	76.27	5.20	8129
	83.77	4.58		1.13	1.12	4.38		76.28	5.27	8133	8131	7874
					1.00						7878	7956

Umgerechnet auf wasserfreie Substanz.

Feinkohle	83.95	4.65	5.25	0.90	0	4.88	95.02	80.26	0.59	8164	251	7913	7973
Pech	91.60	4.89	2.18	1.02	0	0.31	99.69	29.17	88.21	8859	264	8595	8785
Brikett	84.65	4.65	5.14	1.13	0	4.43	95.57	77.06	5.30	8216	251	7965	8046

Zusammenstellung der gefundenen Werte mit denjenigen aus den Summen der berechneten Gehalte an Feinkohle und Pech.

Brikett (gefunden)	84.65					4.43		77.06		8216		7965
Brikett (berechnet mit 5.37 % Pech u. 94.63 % Feink.)	84.36					4.73		76.51		8202		7950

Tabellarische Zusammenstellung der Versuchsergebnisse. Tabelle XII.
Proben der Zeche E.

Substanz	Kohlenstoff %	Wasser- stoff %	Sauerstoff %	Schwefel %	Feuchtig- keit %	Asche %	Brennbare Substanz %	Koks %	Extrakt %	Ver- brennungs- wärme	Verdampf- ungswärme	Heizwert nach der Formel berechnet					
Feinkohle	81.46	81.52	3.82	3.79	3.99	0.95	0.91	0.98	0.98	8.77	8.81	90.21	89.14	89.07	7596	7598	7577
	81.58	81.52	3.77	3.85	3.84	0.86	0.98	0.98	0.98	8.84	8.81	7600	89.00	89.00	7600	7600	7577
Pech	92.09	92.01	4.68	4.70	1.80	0.93	0.94	0.15	0.39	0.40	99.45	86.86	34.26	34.19	8814	8812	8559
	91.92	92.01	4.72	4.74	1.80	0.95	0.94	0.14	0.41	0.40	99.45	87.14	34.12	34.12	8809	8809	8554
Brikett	82.40	82.43	3.79	3.81	3.66	1.01	1.03	0.99	0.99	8.14	8.14	90.87	84.42	84.48	7875	7876	7663
	82.46	82.43	3.83	3.81	3.66	1.06	1.06	0.99	0.99	8.14	8.14	90.87	84.56	84.56	7876	7876	7664

Umgerechnet auf wasserfreie Substanz.

Feinkohle	82.33	3.83	4.02	0.92	0	8.90	91.10	89.95	0.45	7886	207	7679	7658
Pech	92.17	4.70	1.78	0.94	0	0.41	99.59	34.24	87.13	8825	254	8571	8789
Brikett	85.25	3.85	3.64	1.04	0	8.22	91.78	85.32	7.42	7955	208	7747	7754

Zusammenstellung der gefundenen Werte mit denjenigen aus den Summen der berechneten
Gehalte an Feinkohle und Pech.

Brikett (gefunden)	83.25					8.22		85.32		7955		7747	
Brikett (berechnet mit 6.0; % Pech u. 95.93 % Feink.)	83.11					8.22		85.48		7961		7750	

Tabellarische Zusammenstellung der Versuchsergebnisse. **Tabelle XIII.**
Proben der Zeche F.

Substanz	Kohlenstoff %	Wasser- stoff %	Baustoff- u. Stickstoff %	Schwefel %	Feuchtig- keit %	Asche %	Brennbare Substanz %	Koks %	Extrakt %	Ver- brennungs- wärme	Verdampf- ungswärme	kalorien- tausch- beurteilt	Heizwert nach der Formel berechnet
Feinkohle	80.61 80.41	3.97 3.94	3.96 4.74	0.83 0.88	1.29 1.33	8.53 8.74	8.63 90.06	84.06 84.07	1.04 0.94	7725 7725	7725 221	7504 7504	7509
Pech	90.97 91.11	4.79 4.88	4.84 3.05	0.87 0.95	0.00 0.00	0.16 0.16	99.84 99.84	29.09 29.25	87.52 87.53	8820 8821	261 261	8559 8560	8690
Brikett	80.31 80.50	4.07 3.97	4.02 4.64	0.89 0.85	1.29 1.31	7.71 7.83	7.77 90.93	81.89 81.89	6.15 6.32	7846 7843	7845 225	7623 7620	7605
Umgerechnet auf wasserfreie Substanz.													
Feinkohle	81.58	4.00	4.81	0.87	0	8.74	91.26	85.18	1.00	7828	216	7612	7616
Pech	91.04	4.84	3.05	0.91	0	0.16	99.84	29.17	87.53	8821	261	8560	8690
Brikett	82.47	4.07	4.71	0.88	0	7.87	92.13	82.97	6.31	7948	220	7728	7711

Aus der tabellarischen Zusammenstellung der Heizwerte, Tabelle 8—12, stellt sich heraus, dass:

bei Brikett A	mit 5,98 %	Pech 6,6 %	des Heizwertes
" " B	" 7,03 %	" 7,7 %	" "
" " C	" 7,04 %	" 7,6 %	" "
" " D	" 5,37 %	" 5,8 %	" "
" " E	" 8,02 %	" 8,9 %	" "

der Briketts vom Bindemittel herrühren, der Rest von der Feinkohle.

Aus der Zusammenstellung der gefundenen Werte mit denjenigen aus den Summen der berechneten Gehalte an Feinkohle und Pech ergibt sich aber auch, dass die von mir ausgearbeitete, oben im 3^{ten} Teile beschriebene Methode zur Bestimmung des Gehalts an Bindemittel in Steinkohlenbriketts nicht nur technisch brauchbar ist, sondern dass dieselbe auch analytisch genaue Resultate gibt.

Um nun bei allen Steinkohlenbriketts, deren Gehalt an Pech zwar unbekannt ist, deren Gehalt an schwefelkohlenstofflöslicher Substanz jedoch bestimmt worden ist, ermitteln zu können, aus was für Feinkohle dieselben hergestellt sind, war es notwendig eine grössere Anzahl von Pechextrakten auf deren Gehalt an flüchtigen Bestandteilen zu untersuchen. Ich habe deshalb 12 verschiedene Pech mit Schwefelkohlenstoff extrahiert und die erhaltenen Extrakte verkocht. In folgender Tabelle No. XIV, habe ich die Resultate zusammengestellt.

Die Extrakte der verschiedensten Pech haben also ungefähr denselben Gehalt an flüchtigen Bestandteilen (Minimum 75 % Maximum 80,6 %) im Mittel rund 78 %.

Wie auf Seite 28 im 3^{ten} Teile angegeben ist, muss der Extraktgehalt eines genügend festen Briketts mindestens 5 % betragen. 5 % Extrakt geben aber ($5 \times 78 \% =$) 3,9 % Gas. Von den flüchtigen Bestandteilen eines brauchbaren Steinkohlenbriketts müssen also mindestens 3,9 % vom Pech herrühren. Nun ist dem Brikettfabrikanten be-

Tabelle XIV.

Nr.	Herkunft des Pechs	Koks	Extrakt	Koks	Flüchtige
		vom Pech		vom Extrakt	Bestandteile d. Extraktes
3	Retortenpech Zürich	35.58	67.82	20.48	79.52
4	Hüniger Pech	47.77	65.35	24.88	75.12
38	Chemische Fabrik Schalke	34.66	86.48	19.70	80.30
39	Zeche Germania Marten	36.91	81.27	20.00	80.00
42	„ König Ludwig	34.53	85.48	22.00	78.00
44	Chemische Fabrik Duisburg	40.47	76.76	19.38	80.62
49	Deutsches Pech	34.19	86.86	25.00	75.00
50	Deutsches Pech	32.35	94.01	21.97	78.03
59	Zeche Mathias Stinnes	26.67	93.50	22.20	77.80
60	„ „ „	31.64	89.22	24.76	75.24
66	Englisches Pech	50.23	68.02	23.53	76.47

kannt, dass eine Feinkohle mit weniger als 12 % „Gas“ nicht mehr brikettirbar ist. Infolgedessen *darf der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen eines guten Steinkohlenbriketts nicht unter 16 % sinken.*

Zusammenfassung.

Für die Beurteilung der Qualität von Steinkohlenbriketts ergeben sich folgende Normen:

I. Der kalorimetrisch zu ermittelnde Heizwert soll hoch sein (nicht unter 7700 WE auf wasserfreie Substanz berechnet).

II. Der Aschengehalt soll nicht 8 % übersteigen.

III. Der, nach der von mir ausgearbeiteten und oben beschriebenen Methode zu ermittelnde Gehalt derselben an schwefelkohlenstofflöslicher Substanz soll nicht weniger als 5 % betragen.

IV. Auf Grund meiner Untersuchung der Gasgiebig-

keit von Pechextrakten darf der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von guten Steinkohlenbriketts nicht weniger als 16 % betragen.

Für die Beurteilung der Eignung von Steinkohlenteerpechen zur Brikettfabrikation ergibt sich aus meiner Arbeit folgendes:

I. Ihr Koksrückstand soll nicht über 45 % ihres Gewichtes betragen.

II. Ihre Löslichkeit in Schwefelkohlenstoff soll nicht unter 70 % sein.

III. Der Heizwert soll nicht niedriger als 8550 WE sein, und

IV. Der Wasserstoffgehalt soll nicht über 5 % steigen.





